

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/004053

International filing date: 09 March 2005 (09.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-068156  
Filing date: 10 March 2004 (10.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 28 April 2005 (28.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

PCT/JP 2005/004053

09. 3. 2005

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 4 年    3 月 1 0 日  
Date of Application:

出 願 番 号                      特 願 2 0 0 4 - 0 6 8 1 5 6  
Application Number:

パリ条約による外国への出願  
に用いる優先権の主張の基礎  
となる出願の国コードと出願  
番号

The country code and number  
of your priority application,  
to be used for filing abroad  
under the Paris Convention, is

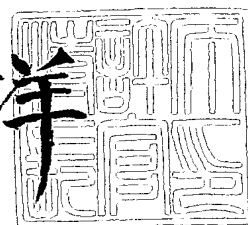
J P 2 0 0 4 - 0 6 8 1 5 6

出      願      人                      出光興産株式会社  
Applicant(s):

2 0 0 5 年    4 月 1 4 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川 洋



出証番号    出証特 2 0 0 5 - 3 0 3 3 6 1 5

【書類名】 特許願  
【整理番号】 IK3304  
【提出日】 平成16年 3月10日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 C10M171/02  
【発明者】  
    【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 2 4 番地 4  
    【氏名】 市谷 克実  
【発明者】  
    【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 2 4 番地 4  
    【氏名】 武石 誠  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000183646  
    【氏名又は名称】 出光興産株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100078732  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 大谷 保  
【選任した代理人】  
    【識別番号】 100081765  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 東平 正道  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 003171  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 要約書 1  
    【包括委任状番号】 0000937  
    【包括委任状番号】 0000761

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

(A) 4 0 ℃における動粘度が 4 0 mm<sup>2</sup>/s以上の基油に、(B) 蒸気膜破断剤を配合してなる減圧焼入れ用焼入油。

**【請求項 2】**

基油が、J I S K 2 2 4 2 熱処理油試験における特性秒数 2 . 5 以下のものである請求項 1 に記載の減圧焼入れ用焼入油。

**【請求項 3】**

基油の 4 0 ℃における動粘度が 4 0 ～ 3 0 0 mm<sup>2</sup>/sである請求項 1 又は 2 に記載の減圧焼入れ用焼入油。

**【請求項 4】**

蒸気膜破断剤の配合量が焼入油を基準にして 5 質量%以上である請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の減圧焼入れ用焼入油。

**【請求項 5】**

請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の焼入油を用いて、油面上圧力を調整しながら焼入れをすることを特徴とする焼入れ方法。

**【請求項 6】**

油面上圧力の調整範囲が常圧から 1 3 k P a である請求項 5 に記載の焼入れ方法。

## 【書類名】明細書

## 【発明の名称】減圧焼入れ用焼入油及び焼入れ方法

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、減圧焼入れ用焼入油及び焼入れ方法に関し、詳しくは一つの焼入油で種々の金属材料を最適条件で焼入れできる減圧焼入れ用焼入油、及びそれを用いた焼入れ方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

焼入油は、鋼材などの金属材料を急冷して硬くするために行う焼入れ処理に用いられる。従って焼入油は冷却性が高いことが要求される。

しかし、一般に焼入れ処理においては、焼入油の冷却性が高すぎると焼入れ歪などが発生する。また一方焼入れ歪を抑制すると冷却性が不十分になり焼入れ硬さ不足を招く。従って、焼入れ硬さと焼入れ歪などを同時に十分に満足させることは困難である。そのため、焼入油には、いわゆるコールド油とホット油の2種類が存在する。

## 【0003】

コールド油は、通常低粘度基油を用いるため冷却速度が速く高い冷却性を有する。しかし、蒸気膜段階が長いこと、焼きむらを生じやすく、焼入れ歪を招きやすい。そのため、多くの場合蒸気膜破断剤を配合して蒸気膜段階を短くしている。これに対しホット油は、通常高粘度基油を用いるため蒸気膜段階が短く焼入れ歪は少ない。しかし、沸点が高く対流段階開始温度が高いため冷却性は低い。従って、焼入れ品の硬さを重視する場合はコールド油が使用され、焼入れ品の歪抑制を重視する場合にはホット油が用いられている。つまり、要求する品質に合わせて焼入油を選んで使い分ける必要があり、各焼入れ毎に更油を余儀なくされることになる。

## 【0004】

これに対して、高粘度の焼入油を用いて減圧下で焼入れ処理することによって、蒸気膜段階を長く安定にして焼入れ歪を抑制し、また冷却性能を変えることができるという提案がある（例えば、特許文献1参照）。

しかしながら、減圧下で焼入れすることによって蒸気膜段階を長くすると冷却性が不足するため、焼入れ品の硬度が低下し、金属材料の材質によっては焼入れ不良現象が起きる恐れがあるなど、汎用性にも欠ける。従って、冷却性を広く調整できることによって、一つの焼入油を更油することなく、さまざまな材質、形状の金属材料毎に、焼入れ歪を抑制しつつ適性な冷却性を付与できる焼入油及び焼入れ方法の出現が期待されている。

## 【0005】

【特許文献1】特開平7-54038号公報

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0006】

本発明は、上記の観点からなされたもので、一つの焼入油でコールド油からホット油までに相当する広い範囲の冷却性を発現できる焼入油を提供することを目的とするものである。また、本発明は、一つの焼入油でコールド油からホット油までに相当する広い範囲の冷却性を発現できる焼入れ方法を提供することを目的とするものである。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0007】

本発明者らは、一定値以上の動粘度を有する基油に蒸気膜破断剤を配合した焼入油を用い、焼入れ時に油面上圧力を減圧下で調整することによって、冷却性能を広い範囲に調整できることを見出した。本発明はかかる知見に基づいて完成したものである。

## 【0008】

すなわち、本発明は、

【1】 (A) 40℃における動粘度が40mm<sup>2</sup>/s以上の基油に、(B) 蒸気膜破断剤を配

合してなる減圧焼入れ用焼入油、

〔2〕 基油が、J I S K 2 2 4 2 熱処理油試験における特性秒数 2. 5 以下のものである前記〔1〕に記載の減圧焼入れ用焼入油、

〔3〕 前基油の 4 0 ℃における動粘度が 4 0 ~ 3 0 0 mm<sup>2</sup>/s である前記〔1〕又は〔2〕に記載の減圧焼入れ用焼入油、

〔4〕 蒸気膜破断剤の配合量が焼入油を基準にして 5 質量% 以上である前記〔1〕~〔3〕のいずれかに記載の減圧焼入れ用焼入油、

〔5〕 前記〔1〕~〔4〕のいずれかに記載の焼入油を用いて、油面上圧力を調整しながら焼入れをすることを特徴とする焼入れ方法、

〔6〕 油面上圧力の調整範囲が常圧から 1 3 k P a である前記〔5〕に記載の焼入れ方法、

を提供するものである。

#### 【発明の効果】

##### 【0 0 0 9】

本発明の焼入油及び焼入れ方法によれば、油面上圧力を調整することによって、蒸気膜段階の長さを適正に保ちながら、冷却性を広範囲に変化させることができる。そのため、種々の金属材料を更油することなく、一つの焼入油で焼入れ処理することができる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

##### 【0 0 1 0】

本発明の焼入油においては、(A) 基油として、4 0 ℃における動粘度が 4 0 mm<sup>2</sup>/s 以上、好ましくは 4 0 ~ 3 0 0 mm<sup>2</sup>/s の基油を用いる。

この 4 0 ℃における動粘度が 4 0 mm<sup>2</sup>/s 未満の基油の場合は、蒸気膜段階が長くなるため冷却性が低下し、また焼きむらが生じて焼入れ歪が生ずる恐れがある。

また、本発明に用いる基油の 4 0 ℃における動粘度の上限については、特に制限はないが、3 0 0 mm<sup>2</sup>/s 以下が好ましい。この動粘度が 3 0 0 mm<sup>2</sup>/s 以下であると蒸気膜段階の長さを適正に保ちながら、冷却性を広範囲に調整できる。

##### 【0 0 1 1】

また、本発明に用いる基油は、J I S K 2 2 4 2 熱処理油試験における特性秒数が 2. 5 以下のものが好ましく、2. 0 以下がより好ましい。この特性秒数とは、J I S K 2 2 4 2 に規定する冷却性能試験において蒸気膜が崩落する温度に達するまでの時間であり、蒸気膜段階の長さを定量化したものである。特性秒数が 2. 5 以下であると冷却性が良好で、焼きむらが生じて焼入れ歪が生ずることを抑制する事ができる。

##### 【0 0 1 2】

また、本発明に用いる基油は、上記の条件を満たせば本発明の目的を達することができるが、通常さらに以下の性状を有する。

本発明に用いる基油は引火点が 2 3 0 ℃以上、特に 2 5 0 ℃以上であることが好ましい。引火点が 2 3 0 ℃以上であると、基油中に含まれる軽質分の蒸発により冷却性が経時的に変化することを抑制することができ、また安全上も良好である。

また、本発明に用いる基油は、上記の引火点を高めることと同様の趣旨から、沸点が 4 0 0 ℃未満の軽質留分が 5 質量% 以下であることが好ましい。

##### 【0 0 1 3】

具体的に本発明に用いる基油としては、一般に鉱油を用いる。具体的な鉱油としては、パラフィン系原油、中間系原油、ナフテン系原油、芳香族系原油などを常圧蒸留するか、又は常圧蒸留の残渣油を減圧蒸留して得られる留出油、又はこれらを常法に従って精製することによって得られる精製油、例えば、溶剤精製油、水素化精製油、水素化分解精製油、溶剤脱蠟又は水添脱蠟精製油、白土処理油などを挙げることができる。また、アルキルベンゼン、アルキルナフタレン、 $\alpha$ -オレフィンオリゴマー(PAO)、 $\alpha$ -オレフィンコポリマー、ポリブテン、二塩基酸エステル、ヒンダードエステル、ポリオキシアルキレングリコール、ポリオキシアルキレングリコールエステル、ポリオキシアルキレングリコールエーテル、シリコンオイルなどの合成油も使用できる。

## 【0014】

これらの基油は単独又は2種以上を混合して用いることができる。但し、低粘度基油と高粘度基油を混合する場合は、低粘度基油の存在によって引火点を十分に高く保つことができない場合や軽質分が多量に存在することがあるから、引火点が低くならないように、また400℃未満の軽質留分が多くならないように留意することが好ましい。

## 【0015】

本発明の焼入油においては、上記(A)の基油に(B)蒸気膜破断剤を配合する。上記基油に蒸気膜破断剤を配合することにより、減圧下などで基油の蒸気膜段階を短くし、調整できる冷却性の範囲を広げる効果がある。

蒸気膜破断剤としては、特に制限はなく、コールド油に配合されている公知の蒸気膜破断剤が使用できる。具体的には高分子ポリマー、例えば、エチレン- $\alpha$ -オレフィン共重合体、ポリオレフィン、ポリメタクリレートなどやアスファルトなどの高分子量有機化合物や油分散型の無機化合物などを挙げることができる。これらの蒸気膜破断剤は、一種を単独で用いてもよく、二種以上を組合わせて用いてもよい。

## 【0016】

蒸気膜破断剤の配合量は特に制限はなく、1質量%以上でもよいが、特に5質量%以上、さらには6質量%以上配合すると効果が著しい。

蒸気膜破断剤の配合量の上限については特に制限はないが、30質量%以下、特に20質量%以下が好ましい。蒸気膜破断剤の配合量が30質量%以下であると、焼入油の粘度などの性状が変化を抑制することができる。

## 【0017】

本発明の焼入油は、本発明の目的が損なわれない範囲で、必要に応じてさらに添加剤を配合することができる。そのような添加剤としては、例えば劣化酸中和剤、酸化防止剤、光輝性向上剤などが挙げられる。劣化酸中和剤としては、例えばアルカリ土類金属のサリチレート、硫化フィネート、スルホネートなどが挙げられる。このアルカリ土類金属としては、カルシウム、マグネシウム、バリウムなどが好ましい。また、酸化防止剤としては、アミン系酸化防止剤や、ヒンダードフェノール系酸化防止剤などが挙げられる。さらに光輝性向上剤としては、油脂や油脂脂肪酸、アルケニルコハク酸イミド、置換ヒドロキシ芳香族カルボン酸エステル誘導体などが挙げられる。

## 【0018】

次に、本発明の焼入方法は、前記焼入油を用いて、熱処理炉の油面上圧力を調整して焼入れをする焼入方法である。すなわち、真空炉や真空浸炭炉など密封系熱処理炉を用いて、前記焼入油の油面上圧力を常圧から減圧まで調整することによって、焼入れ処理の目的に応じて冷却性を調整して焼入れする方法である。この場合、油面上圧力の調整範囲は、常圧(約0.1MPa)から13kPaの間で行うことが好ましい。油面上圧力が上記範囲にあれば、蒸気膜破断剤の配合効果が良好に発揮される。上記範囲で油面上圧力を調整することによって、特性秒数を2.5以下に保ちながら、冷却性を表す、焼入れ強烈度(H値)を少なくとも0.10~0.14/cmの範囲で調整できる。

上記の焼入れ強烈度とは、通常H値と略称され、冷却性を表す数値であって、JIS K 2242 熱処理油試験における冷却曲線で800℃から300℃まで冷却するまでに要する時間から求められる。

## 【0019】

なお、通常のコールド油のH値の範囲は0.12~0.14、ホット油のH値の範囲は0.10~0.12であるから、本発明の焼入れ方法によれば、通常のコールド油とホット油のH値の範囲をカバーすることができる。

具体的には、コールド油として使用する場合は、油面上圧力を低めに、例えば約15~70kPaに調整し、またホット油として使用する場合は、油面上圧力を高めに、例えば約80~101kPaに調整して焼入れをすればよい。このように一つの焼入油を用いて更油することなしにコールド油としても、ホット油としても使用が可能である。

## 【0020】

さらに、本発明の焼入れ方法の別の態様としては、一つの焼入れ部品を焼入れする場合に焼入れ処理の途中で油面上圧力を変えて焼入れする方法である。

例えば、蒸気膜段階を減圧下で行い、続いて急激に常圧又は常圧近くの減圧にする焼入れ方法が挙げられる。この方法によれば、早く沸騰段階に入り、焼入れ歪を抑制しながら冷却性を高めることができる。また、逆に常圧又は常圧近くの減圧状態で焼入れを開始し、蒸気膜破断と同時に、急激に減圧する焼入れ方法も挙げられる。この方法によれば、蒸気膜段階を伸ばさないうまま、沸騰段階を広げる効果を挙げることができる。

#### 【0021】

なお、本発明の焼入れ方法においては、油面上圧力を調整して焼入れするが、これと同時に、油温を変える、攪拌流速を変えるなどの方法をも取り入れることができる。これによって、冷却性（H値）の調整範囲をさらに広げることができる場合がある。

#### 【実施例】

#### 【0022】

つぎに、実施例及び比較例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。なお冷却性などの性能は次の方法によって求めた。

#### （1）冷却性能試験法

JIS K 2242に規定する冷却性能試験法を油面上圧力を調整するために真空チャンバーを設けた試験装置を用いて、種々の圧力における冷却曲線を測定し、各圧力における特性秒数とH値とを求めた。

#### （2）特性秒数

上記冷却曲線から特性温度に達するまでの時間を特性秒数として測定した。

#### （3）H値

冷却曲線における800℃から300℃に至るまでの時間を用いて、阪大式冷却能評価法から求めた。

#### 【0023】

#### 実施例1

40℃における動粘度が90mm<sup>2</sup>/s、特性秒数が2.3、引火点が265℃、400℃以下の軽質留分が2質量%の基材に、蒸気膜破断剤（石油精製残渣で、100℃における動粘度が500mm<sup>2</sup>/sのアスファルトム）を焼入油を基準にして12質量%配合した焼入油を用いて、油面上圧力を常圧（101kPa）、66.7kPa、40.0kPa、13.3kPaの各圧力で冷却曲線を測定し、特性秒数とH値を求めた。結果を第1表に示す。

【表1】

第 1 表

油面上圧力(kPa)	特性秒数	H値(／cm)
101	1.0	0.10
66.7	1.2	0.11
40.0	2.0	0.14
13.3	3.3	0.14

#### 【0024】

第1表から分かるように、本発明の焼入油は、油面上圧力を常圧から40.0kPaまで変更することにより、特性秒数2.0以下で、H値を0.10～0.14まで調整できる。

#### 【0025】

#### 実施例2

40℃における動粘度が100mm<sup>2</sup>/s、特性秒数が2.2、引火点が270℃、400℃以下の軽質留分が0質量%の基材に、蒸気膜破断剤（数平均分子量2000のポリブテ



ン)を焼入油を基準にして7質量%配合した焼入油を用いて、油面上圧力を常圧(101 kPa)、40.0 kPa、13.3 kPaの各圧力で冷却曲線を測定し、特性秒数とH値を求めた。結果を第2表に示す。

【表2】

第 2 表

油面上圧力(kPa)	特性秒数	H値(／cm)
101	1.0	0.11
40.0	2.3	0.14
13.3	5.0	0.12

## 【0026】

第2表から分かるように、本発明の焼入油は、油面上圧力を常圧から40.0 kPaまで変更することにより、特性秒数2.3以下で、H値を0.11～0.14まで調整できる。

## 【0027】

## 実施例3

40℃における動粘度が400 mm<sup>2</sup>/s、特性秒数が1.0、引火点が300℃、400℃以下の軽質留分が0質量%の基材に、蒸気膜破断剤(実施例1で用いたアスファルトム)を焼入油を基準にして5質量%配合した焼入油を用いて、実施例2と同様に特性秒数とH値を求めた。結果を第3表に示す。

【表3】

第 3 表

油面上圧力(kPa)	特性秒数	H値(／cm)
101	0.7	0.09
40.0	1.8	0.13
13.3	3.0	0.12

## 【0028】

第3表から分かるように、本発明の焼入油は、油面上圧力を常圧から13.3 kPaまで変更することにより、特性秒数2.5以下で、H値を少なくとも0.09～0.13まで調整できる。

## 【0029】

## 比較例1

40℃における動粘度が30 mm<sup>2</sup>/s、特性秒数が3.4、引火点が220℃、400℃以下の軽質留分が15質量%の基材に、蒸気膜破断剤(実施例1で用いたアスファルトム)を焼入油を基準にして15質量%配合した焼入油を用いて、実施例2と同様に特性秒数とH値を求めた。結果を第4表に示す。

【表4】

第 4 表

油面上圧力(kPa)	特性秒数	H値(／cm)
101	1.5	0.12
40.0	3.0	0.14
13.3	5.0	0.13

## 【0030】

第4表から分かるように、40℃における動粘度が30mm<sup>2</sup>/sの焼入油は、油面上圧力を常圧から13.3kPaまで変更しても、特性秒数2.5以下で、H値を調整できる範囲は0.12近傍にとどまる。

## 【0031】

## 比較例2

40℃における動粘度が12mm<sup>2</sup>/s、特性秒数が6.0、引火点が170℃、400℃以下の軽質留分が80質量%の基材に、蒸気膜破断剤（実施例1で用いたアスファルト）を焼入油を基準にして15質量%配合した焼入油を用いて、実施例2と同様に特性秒数とH値を求めた。結果を第5表に示す。

【表5】

第5表

油面上圧力(kPa)	特性秒数	H値(／cm)
101	2.2	0.14
40.0	3.0	0.15
13.3	9.0	0.13

## 【0032】

第5表から分かるように、40℃における動粘度が12mm<sup>2</sup>/sの基油を用いた焼入油は、油面上圧力を常圧から13.3kPaまで調整しても、特性秒数2.5以下で調整できるH値は0.14近傍にとどまる。

## 【0033】

## 比較例3

40℃における動粘度が200mm<sup>2</sup>/s、特性秒数が1.1、引火点が280℃、400℃以下の軽質留分が2質量%の基材を、蒸気膜破断剤を配合しない焼入油を用いて、実施例2と同様に特性秒数とH値を求めた。結果を第6表に示す。

【表6】

第6表

油面上圧力(kPa)	特性秒数	H値(／cm)
101	1.1	0.08
40.0	1.6	0.10
13.3	2.8	0.11

## 【0034】

第6表から分かるように、蒸気膜破断剤を配合しない焼入油は、油面上圧力を常圧から13.3kPaまで変更した場合、H値は0.11以下であり、それ以上には調整できない。

## 【産業上の利用可能性】

## 【0035】

本発明の焼入油及び焼入れ方法によれば、焼入れ時の油面上圧力を調整することによって、特性秒数を適正值に保ちながら、冷却性を広範囲に変化させることができるので、種々の金属族材料を一つの油で最適に焼入れできる焼入油及び焼入れ方法として利用できる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 一つの焼入油でコールド油からホット油までに相当する広い範囲の冷却性を発現できる焼入油、及び焼入れ方法を提供すること。

【解決手段】 (A) 40℃における動粘度が40mm<sup>2</sup>/s以上の基油に、(B) 蒸気膜破断剤を配合してなる減圧焼入れ用焼入油、及びこの焼入油を用いて油面上圧力を調整しながら焼入れをすることを特徴とする焼入れ方法である。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 4 - 0 6 8 1 5 6

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 1 8 3 6 4 6 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区丸の内 3 丁目 1 番 1 号

氏 名

出光興産株式会社